

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-233904

(43)公開日 平成6年(1994)8月23日

(51)Int.Cl. <sup>5</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
B 0 1 D 21/01	1 0 2	7824-4D		
B 0 1 F 1/00	Z			

審査請求 有 請求項の数 5 F D (全 10 頁)

(21)出願番号 特願平5-45885

(22)出願日 平成5年(1993)2月10日

(71)出願人 392035178  
三井造船エンジニアリング株式会社  
東京都中央区築地5-6-4

(71)出願人 393003859  
西村 勤  
兵庫県神戸市西区月が丘6-19-4

(71)出願人 393003837  
株式会社アステック  
兵庫県姫路市岩端町107-4

(72)発明者 西村 勤  
神戸市西区月が丘6-19-4

(72)発明者 矢野 仁  
東京都大田区西六郷4-6-24-103

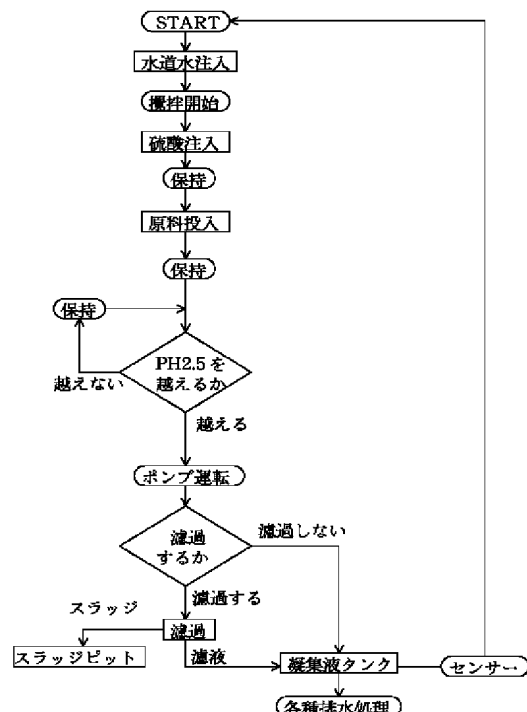
(74)代理人 弁理士 丸山 英一

(54)【発明の名称】 シリカ系凝集液原料の溶解方法、シリカ系凝集液の製造方法及び装置

(57)【要約】

【目的】モノマーシリカの含有割合が多く安定性が高いシリカ系凝集液が得られ、また輸送コストが低くて経済効率が高くかつ原料を数倍量溶解できる溶解方法、実際の装置に適用でき、コンパクトなシリカ系凝集液の製造手段の提供にある。

【構成】本発明の溶解方法は、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の水を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内に特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を前記希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入すること及び、モノマーシリカの含有割合が高く、かつ高濃度シリカ系凝集液を得る際に、前記の方法によってシリカ系凝集液を得、次いで硫酸を前記希硫酸と同じ当量分だけ添加し、再度前記シリカ系凝集液原料を該希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入し、必要によりこの操作を繰り返すことであり、又、本発明のシリカ系凝集液の製造方法及び装置は具体的なプロセス及び装置を提供するものである。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】シリカ系凝集液原料を希硫酸で溶解してシリカ系凝集液を製造する際に、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の水を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内に特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を前記希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入することを特徴とするシリカ系凝集液原料の溶解方法。

【請求項2】モノマーシリカの含有割合が高く、かつ高濃度シリカ系凝集液が得られるシリカ系凝集液原料の溶解方法において、請求項1記載の方法によってシリカ系凝集液を得、次いで硫酸を前記希硫酸と同じ当量分だけ添加し、再度前記シリカ系凝集液原料を該希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入し、必要によりこの操作を繰り返すことを特徴とするシリカ系凝集液原料の溶解方法。

【請求項3】特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を希硫酸で溶解してシリカ系凝集液を製造するシリカ系凝集液の製造方法において、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の水を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内にシリカ系凝集液原料を投入し、次いで溶解平衡に達するまで保持した後、次に必要により該溶解槽内のpHが2.5を越えているかないかを判断し、該pHが2.5未満である場合にはpHが2.5を越えるまで数分間保持し、一方pHが2.5以上である場合には次に汙過するか否かを判断し、汉過しない場合にはそのままシリカ系凝集液とし、また汉過する場合には汉液をシリカ系凝集液とすることを特徴とするシリカ系凝集液の製造方法。

【請求項4】溶解槽と、該溶解槽に一定量の水を供給する水供給手段と、該溶解槽内の液を攪拌する攪拌手段と、前記水供給手段から水が供給された溶解槽に硫酸を注入するための硫酸注入手段と、該溶解槽にシリカ系凝集液原料を供給する手段と、該溶解槽内のpHが2.5以上でありかつ該溶解槽内の溶液を汉過しない場合にシリカ系凝集液を受け入れるための凝集液タンクとを有することを特徴とするシリカ系凝集液の製造装置。

【請求項5】溶解槽と、該溶解槽に一定量の水を供給する水供給手段と、該溶解槽内の液を攪拌する攪拌手段と、前記水供給手段から水が供給された溶解槽に硫酸を注入するための硫酸注入手段と、該溶解槽にシリカ系凝集液原料を供給する手段と、該溶解槽内のpHが2.5以上でありかつ該溶解槽内の溶液を汉過する場合に該汉液であるシリカ系凝集液を受け入れるための凝集液タンクとを有することを特徴とするシリカ系凝集液の製造装置。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【産業上の利用分野】本発明は水中に含有される溶解物

質、エマルジョン物質、拡散剤、油分、浮遊物質等の吸着、凝集、排除に用いるシリカ系凝集液を製造するための原料となるシリカ系凝集液原料の溶解方法、シリカ系凝集液の製造方法及び装置に関し、詳しくはモノマーシリカの含有割合の高いシリカ系凝集液を得るためのシリカ系凝集液原料の溶解方法、シリカ系凝集液の製造方法並びにコンパクトな設計が可能なシリカ系凝集液の製造装置に関する。

## 【0002】

【発明の背景】従来、汚水や各種廃水中の溶解物質（イオン類）や有機、無機の微粒子、浮遊物質等の抽出や凝集、除去には主としてAl系凝集液、Fe系凝集液、高分子系凝集液が用いられている。

【0003】かかる従来のAl系、Fe系凝集液は、有機化学物質や油分、油エマルジョン、界面活性剤等を吸着したり、凝集する機能は極めて弱いため、実際に使用するに際しては、大量のAl系、Fe系凝集液を用い、大量の水酸化アルミニウムや水酸化鉄の沈澱を生成させて（更にアルカリも添加し）、それらの沈澱物に物理的に油分等を引っ掛け、更に高分子凝集剤を投与してフロック形状を大きくし、加圧浮上、又は沈降によりフロックを水と分離する方法が採られている。

【0004】かかる複雑な処理を行っても満足な結果を得ることは難しく、更に投与した凝集剤に起因する大量のスラッジが発生し、その処理コストも併せて負担せねばならない問題がある。

【0005】かかる問題を解決するため、特願平1-296371号明細書において、シリカ系凝集液が提案されている。かかるシリカ系凝集液はそれらの有機化学物質、油分、油エマルジョン、界面活性剤等を効果的に吸着、凝集し、発生するスラッジも極度に少なくなるという利益が得られる。

【0006】従来のシリカ系凝集液はシリカ系凝集液原料を中性酸又は還元酸、具体的には希硫酸に溶解して得られるが、シリカ系凝集液原料を溶解する際に、水にシリカ系凝集液原料を溶解した後、希硫酸を添加する方法ではシリカ系凝集液原料がゾル・ゲル状となってしまう、モノマーシリカの割合が少なく安定性に欠ける欠点があることがわかった。従来技術では希硫酸にシリカ系凝集液原料を添加する旨の記載は認められるが、添加順序がモノマーシリカの割合に大きく影響する旨の認識は全く存在しない。

【0007】また輸送の効率性等から2倍量の原料を溶解したシリカ系凝集液が求められているが、製造法によっては、必要とされるモノマーシリカが少なくなってしまうことがわかった。即ち、1Nの希硫酸1リットルにシリカ系凝集液原料を溶解当量分溶解すると、1Nのシリカ系凝集液が得られるが、これと同じ様にして2Nのシリカ系凝集液を得ようとして、2Nの希硫酸1リットルにシリカ系凝集液原料を溶解当量分（1Nの時の倍の

量)溶解すると、シリカ系凝集液原料の添加によって部分的にpHの上昇するところではシリカの重合化が起こり、またpHの低いところでは無水シリカが生成されたりして、必要とされるモノマーシリカが少なくなってしまうことがわかった。

【0008】更に、従来のA1系凝集液、Fe系凝集液、高分子系凝集液を使用する際には、少なくとも2液を必要とし、それだけでも装置の数が多くなり、装置のコンパクト化を困難にしていた。また特願平1-296371号の技術では、シリカ系凝集液の具体的な製造方法及び装置は明らかでなく、実際の装置に適用できる製造方法及び装置の開発が望まれていた。

【0009】

【発明が解決しようとする課題】そこで、本発明の課題は、第1にモノマーシリカの含有割合が多く安定性が高いシリカ系凝集液が得られるシリカ系凝集液原料の溶解方法を提供することにある。

【0010】第2の課題は、輸送コストが低くて経済効率が高くかつ原料を数倍量溶解できるシリカ系凝集液原料の溶解方法を提供することにある。

【0011】第3の課題は、実際の装置に適用できるシリカ系凝集液の製造方法を提供することにある。

【0012】第4の課題は、コンパクトなシリカ系凝集液の製造装置を提供することにある。

【0013】

【課題を解決するための手段】本発明者は上記課題を解決すべく鋭意検討を重ねた結果、本発明に至ったものである。

【0014】即ち、本発明に係るシリカ系凝集液原料の溶解方法の第1は、シリカ系凝集液原料を希硫酸で溶解してシリカ系凝集液を製造する際に、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の水を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内に特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を前記希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入することを特徴とする。

【0015】また本発明に係るシリカ系凝集液原料の溶解方法の第2は、モノマーシリカの含有割合が高く、かつ高濃度シリカ系凝集液が得られるシリカ系凝集液原料の溶解方法において、上記第1の方法によってシリカ系凝集液を得、次いで硫酸を前記希硫酸と同じ当量分だけ添加し、再度前記シリカ系凝集液原料を該希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入し、必要によりこの操作を繰り返すことを特徴とする。

【0016】更に、本発明に係るシリカ系凝集液の製造方法は、特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を希硫酸で溶解してシリカ系凝集液を製造するシリカ系凝集液の製造方法において、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の水を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内にシリカ系凝

集液原料を投入し、次いで溶解平衡に達するまで保持した後、次に必要により該溶解槽内のpHが2.5を越えているかいないかを判断し、該pHが2.5未満である場合にはpHが2.5を越えるまで数分間保持し、一方pHが2.5以上である場合には次に汙過するか否かを判断し、汙過しない場合にはそのままシリカ系凝集液とし、また汙過する場合には汙液をシリカ系凝集液とすることを特徴とする。

【0017】更に、本発明に係るシリカ系凝集液の製造装置は、溶解槽と、該溶解槽に一定量の水を供給する水供給手段と、該溶解槽内の液を攪拌する攪拌手段と、前記水供給手段から水が供給された溶解槽に硫酸を注入するための硫酸注入手段と、該溶解槽にシリカ系凝集液原料を供給する手段と、該溶解槽内のpHが2.5以上でありかつ該溶解槽内の溶液を汙過しない場合にシリカ系凝集液を受け入れるための凝集液タンクとを有することを特徴とする。

【0018】更に又、本発明に係るシリカ系凝集液の製造装置は、溶解槽と、該溶解槽に一定量の水を供給する水供給手段と、該溶解槽内の液を攪拌する攪拌手段と、前記水供給手段から水が供給された溶解槽に硫酸を注入するための硫酸注入手段と、該溶解槽にシリカ系凝集液原料を供給する手段と、該溶解槽内のpHが2.5以上でありかつ該溶解槽内の溶液を汙過する場合に該汙液であるシリカ系凝集液を受け入れるための凝集液タンクとを有することを特徴とする。

【0019】以下、本発明について詳細に説明する。

【0020】シリカ系凝集液原料の溶解方法の第1の特徴は、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の液を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内に特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を前記希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入することである。即ち、希硫酸の希釈水溶液を作成した後、シリカ系凝集液原料を投入するのが本質であり、この逆にシリカ系凝集液原料の水溶液を作成した後、硫酸を添加した場合には、シリカ系凝集液原料がゾル・ゲル状となってしまう、モノマーシリカの割合が少なくなってしまう、本発明の目的を達成できない。

【0021】またシリカ系凝集液原料の溶解方法の第2の特徴は、溶解槽に一定量の水を供給し、該溶解槽内の液を攪拌しながら、硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成した後、該溶解槽内に特定のCa塩基度を有するシリカ系凝集液原料を前記希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入してシリカ系凝集液を得、次いで硫酸を前記希硫酸と同じ当量分だけ添加し、更に前記シリカ系凝集液原料を該希硫酸で溶解できる溶解平衡量を投入して高濃度のシリカ系凝集液を得る方法である。

【0022】この高濃度のシリカ系凝集液を得る方法を具体的に説明すると、例えば、溶解槽に水を供給し、該溶解槽内の液を攪拌しながら、con硫酸を注入して

1 N濃度の希硫酸1リットルを作成した後、該溶解槽内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を前記1 N濃度の希硫酸で溶解できる溶解平衡量42.5gを投入してシリカ系凝集液を得、次いで硫酸を前記希硫酸と同じ当量分( $H_2SO_4 = 49g$ )だけ添加し、更に前記シリカ系凝集液原料を該希硫酸で溶解できる溶解平衡量42.5gを投入して、いわゆる2 Nの高濃度シリカ系凝集液を得ることができる。尚、3 N、4 N、5 Nについても同様にこの操作を繰り返すことにより得られる。

【0023】これに対し、溶解槽に水を供給し、該溶解槽内の液を攪拌しながら、conc硫酸を注入して2 N濃度の希硫酸1リットルを作成した後、該溶解槽内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を前記2 N濃度の希硫酸で溶解できる溶解平衡量85gを投入してシリカ系凝集液を得ると、やはり見掛け上はいわゆる2 Nの高濃度シリカ系凝集液を得ることができるように考えられるが、このようにして得られたシリカ系凝集液は、シリカ系凝集液原料の添加によって部分的にpHの上昇するところではシリカの重合化が起り、またpHの低いところでは無水シリカが生成されたりして、必要とされるモノマーシリカが少なくなってしまうという問題があり、本発明の目的を達成できない。

【0024】

【実施例】次に、本発明に係るシリカ系凝集液の製造方法の実施例を図面に基いて説明する。

【0025】図1は、シリカ系凝集液の製造システムフロー図である。

【0026】スイッチを入れてシステムをスタートさせ、始めに溶解槽に一定量の水を供給する。この水は通常水道水が用いられるが、格別限定されない。但し、Feイオン、Alイオン等金属イオンを数PPM以上を含む水はシリカとインターアクションを起こし好ましくない。

【0027】次に、水の量が一定になったら、溶解槽内の水を攪拌する。

【0028】次に硫酸を注入して所定濃度の希硫酸を作成する。希硫酸濃度はモノマーシリカのゲル化を防止する意味で2 N以下が好ましく、より好ましくは1 N以下である。本例では1 N希硫酸とする。

【0029】注入する硫酸は濃硫酸が用いられ、受け入れ設備等を考慮すると、64%濃度で受け入れることが好ましい。なお既設に98%濃硫酸設備(消防法完備)がある場合にはそれを利用することもできる。

【0030】次に、数分間保持(攪拌下で放置)する。均一な1 N希硫酸を得るためである。保持時間は3分程度あれば良い。

【0031】次に、溶解槽内にシリカ系凝集液原料を投入する。本発明において、シリカ系凝集液原料の「溶解平衡量」というのは、与えた硫酸量で溶解できるシリカ

系凝集液原料の量を意味する。本例では1 N希硫酸1リットルで溶解できるCa塩基度1.15のシリカ系凝集液原料の量は42.5gである。

【0032】次に、溶解平衡に達するまで保持する。保持時間は5分程度でよいが、より確実に溶解平衡に達するまでには15分間が好ましい。

【0033】次に、必要により溶解槽内のpHが2.5を越えているかいないかを判断する。希硫酸と原料の反応が進行すれば溶解槽内のpHが上昇してくる。そしてpHが2.5未満である場合にはいまだ反応が溶解平衡まで進行していないのでpHが2.5を越えるまで数分間保持する。この保持によって反応が進行し、pHが上昇する。反応を継続させればpHが収れんするため、その反応時間とpHの収れん関係をつかめばあてかかるとpH判断は必要ない。設備面で低コスト化を図る上ではかかるpH判断をしない方法をとることが好ましい。

【0034】一方、pHが2.5以上である場合には反応が進行し溶解平衡に達したと判断できるので、次に汔過するか否かを判断する。

【0035】そして、汔過しない場合にはスラッジを含めたまま凝集液タンクに受け入れる。これによって本発明のシリカ系凝集液を得ることができる。

【0036】また汔過する場合には汔過機で汔液とスラッジに分離し、汔液を凝集液タンクに受け入れる。これによって本発明のシリカ系凝集液を得ることができる。

【0037】尚、汔過する場合の溶解槽内での最終pHはpH≒3.0となるようシリカ系凝集液原料の量を増して調節することも好ましい。

【0038】更にスラッジは $CaSO_4 \cdot 2H_2O$ (石膏)であり、これを例えばスラッジピットに受け入れる。

【0039】凝集液タンク内の本発明のシリカ系凝集液が使用されて減少し、レベルセンサーで検出されたときには、スタートに戻って再度上記の方法を繰り返す。

【0040】上記のシステムは自動化されていることが好ましく、具体的連動関係は以下の装置例で明らかにする。

【0041】本発明のシリカ系凝集液の製造方法に用いられるシリカ系凝集液原料は、シリカの複合結晶鉱物・非結晶鉱物であり、例えば天然クリストバル石、高炉スラグ等が用いられる。具体的には、酸化処理等の改質処理されたシリカ系凝集液原料、即ちシリカの複合結晶鉱物・非結晶鉱物の未酸化硫黄成分が除去されたシリカ系凝集液原料が好ましいが、特願平1-296371号に記載されたシリカ系凝集液原料を用いることもできる。

【0042】次に、本発明に係るシリカ系凝集液の製造装置の実施例を図2に基いて説明する。

【0043】図2において、1は硫酸注入手段であり、例えば64%硫酸として受け入れる硫酸タンク101と、硫酸ポンプ102と、ピペット状の硫酸定量容器1

03と、硫酸注入バルブ104とで構成されている。硫酸ポンプ102には耐食性のポンプが用いられる。パイプ状の硫酸定量容器103は、硫酸ポンプ102から送られた硫酸を硫酸定量容器103の細管部に設けられたオーバーフロー管105からオーバーフローさせて定量可能に構成されている。

【0044】2は溶解槽であり、樹脂製又は耐食性金属で形成される。201は溶解槽2内の液を攪拌するための攪拌機であり、3は水道水注入手段を構成する水道水注入バルブである。

【0045】溶解槽2内には、ハイレベルセンサー202とローレベルセンサー203が設けられている。ハイレベルセンサー202は硫酸ポンプ102、硫酸注入バルブ104、攪拌機201と各々連動しており、ローレベルセンサー203は硫酸注入バルブ104、攪拌機201、水道水注入バルブ3と各々連動している。

【0046】204は溶解槽2内に必要により設けられるpHメーターであり、pHが2.5を越えているかいないかを判断する指標とする。ただし前述のように硫酸と原料の反応時間によってpH値は収れんするので、タイマーによってシーケンスを組むこともできる。

【0047】4は溶解槽2にシリカ系凝集液原料401を供給する手段であり、ホッパー402と自動供給する場合に設けられる原料供給フィーダー403とによって構成される。なお自動供給しない場合には原料供給フィーダー403は必要ない。ホッパー402内にはシリカ系凝集液原料401をホッパー内で酸化するためのエア供給手段を有していてもよい。

【0048】5はシリカ系凝集液を受け入れるための凝集液タンクである。

【0049】溶解槽2内で得られた溶液はpHが2.5以上であり、汙過しない場合には、送液ポンプ501によって直接凝集液タンク5に送られる。502は攪拌機、503はバルブである。

【0050】一方、溶解槽2内で得られた溶液は、pHが2.5以上でありかつ溶液を汉過する場合には、送液ポンプ501によって汉過機6に送られる。汉過機6では汉液とスラッジに分離され、汉液は凝集液タンク5に送られる。またスラッジはスラッジピット601に貯留される。

【0051】凝集液タンク5内のシリカ系凝集液は処理水ポンプ7によって各種排水処理に供される。処理水ポンプ7はローレベルセンサー504の検知で停止する。

【0052】なお前述の溶解槽2内で得られた溶液がpHが2.5以上であり、汉過しない場合には、送液ポンプ501によってライン505を介して直接各種排水処理に供することもできる。

【0053】次に、本発明の溶解方法並びにシリカ系凝集液の製造方法、装置に好ましく採用される主なシーケンスを説明するが、必ずしも限定されない。

【0054】硫酸注入手段1に64%硫酸が受け入れられ、硫酸定量容器103に所定量計量しておく。また水道水注入バルブ3を開いて溶解槽2内に水を所定量満たしておく。

【0055】この状態で攪拌機210を起動する。次いで硫酸注入バルブ104を開いて所定量を注入する。

【0056】時間差5分間を設けて、原料供給フィーダー403を起動し、所定量供給したら停止する。

【0057】時間差15分間を設けて、バルブ503を開いて、送液ポンプ501を起動する。この送液ポンプ501の運転は汉過機6と連動させる（但し、汉過を必要とする場合）。従って、送液ポンプ501の起動と同時に汉過機6も起動する。

【0058】ローレベルセンサー203の検知によって送液ポンプ501を停止し、バルブ503を閉じ、汉過機6の運転を停止する。

【0059】汉液は凝集液タンク5に受け入れられ、この時攪拌機502は連続運転している。

【0060】処理水ポンプ7が作動し、凝集液タンク5内の液面が低下し、ローレベルセンサー504が検知したら、処理水ポンプ7が停止すると共に水道水注入バルブ3が開いて、水道水を溶解槽2に供給する。水道水注入バルブ3はハイレベルセンサー202の検知によって閉じる。

【0061】またローレベルセンサー203の検知によって水道水注入バルブ3を開いて、水道水を溶解槽2に供給するようにすることもできる。

【0062】

【実験例】

30 実験例1

図2に示す装置を用いて実験を行なった。はじめに150リットルの溶解槽2に水道水注入バルブ3を開いて水道水を100リットル供給した。

【0063】該溶解槽2内の液を攪拌機201で攪拌しながら、硫酸注入バルブ104を開いて64%硫酸4.34リットルを注入して1N濃度の希硫酸となるようにした。

【0064】次いで、該溶解槽2内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を4.25kgを投入した。

【0065】15分間攪拌を続け保持して、シリカ系凝集液を得た。

【0066】このシリカ系凝集液の粘度を指標として測定して、重合ゲル化状態を調べた。又静置してゾルゲル化進行状態を調べた。

【0067】粘度の測定は粘度計により行った。

【0068】測定結果を表1に示す。

【0069】比較実験例1

50 実験例1と同様に図2に示す装置を用いて実験を行なった。はじめに150リットルの溶解槽2に水道水注入バ

ルブ3を開いて水道水を100リットル供給した。

【0070】次いで、溶解槽2内の液を攪拌機201で攪拌しながら、溶解槽2内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を4.25kgを投入した。

【0071】次いで、硫酸注入バルブ104を開いて64%硫酸4.34リットルを注入して1N濃度の希硫酸となるようにした。

【0072】15分間攪拌を続け保持して、シリカ系凝\*

\*集液を得た。

【0073】このシリカ系凝集液の粘度を指標として測定して、重合、ゲル化状態を調べた。

【0074】粘度の測定は実験例1と同様にした。

【0075】測定結果を表1に示す。

【0076】

【表1】

	シリカ系凝集液の粘度	ゲル化の進行
実施例1	1.4センチポイズ	168時間後も安定
比較実施例1	2.3センチポイズ	24時間後ゾルゲル化→48時間後ゲル化

表1から明らかなように、本発明のシリカ系凝集液はシリカの重合、ゲル化が進んでいないことがわかる。又、比較実験例1では24時間後にゾルゲル化が認められ、48時間後にはゲル化したが、実験例1は安定していた。

【0077】実験例2

図2に示す装置を用いて実験を行なった。はじめに150リットルの溶解槽2に水道水注入バルブ3を開いて水道水を100リットル供給した。

【0078】該溶解槽2内の水を攪拌機201で攪拌しながら、硫酸注入バルブ104を開いて64%硫酸4.34リットルを注入して1N濃度の希硫酸となるようにした。

【0079】次いで、該溶解槽2内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を4.25kgを投入した。攪拌を15分間継続して1N希硫酸溶解のシリカ系凝集液を得た。

【0080】更に、64%硫酸を4.34リットルを加え、これにCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を4.25kgを投入した。

【0081】15分間攪拌を続け保持して、高濃度のシリカ系凝集液を得た。

【0082】このシリカ系凝集液の粘度を指標として測定して、重合、ゲル化状態を調べ、静置してゾルゲル化※

※の進行状態を調べた。

20 【0083】粘度の測定は実験例1と同様にした。

【0084】測定結果を表2に示す。

【0085】比較実験例2

実験例2と同様に図2に示す装置を用いて実験を行なった。はじめに150リットルの溶解槽2に水道水注入バルブ3を開いて水道水を100リットル供給した。

【0086】該溶解槽2内の液を攪拌機201で攪拌しながら、硫酸注入バルブ104を開いて64%硫酸8.68リットルを注入して2N濃度の希硫酸となるようにした。

30 【0087】次いで、該溶解槽2内にCa塩基度1.15を有するシリカ系凝集液原料を8.5kgを投入した。

【0088】15分間攪拌を続け保持して、高濃度のシリカ系凝集液を得た。

【0089】このシリカ系凝集液の粘度を指標として測定して、重合、ゲル化状態を調べ、静置してゾルゲル化の進行状態を調べた。

【0090】粘度の測定は実験例1と同様にした。

【0091】測定結果を表2に示す。

40 【0092】

【表2】

	シリカ系凝集液の粘度	ゲル化の進行
実施例1	1.3センチポイズ	168時間後も安定
比較実施例1	2.1センチポイズ	24時間後ゾルゲル化→48時間後ゲル化

表2から明らかなように、本発明のシリカ系凝集液は高濃度であるにもかかわらず明らかにモノマーシリカの含量が高く、モノマーシリカの安定性も高いことがわかる。

【0093】比較のシリカ系凝集液のモノマーシリカ含量が少なく、モノマーシリカの安定性に欠けるのは、シリカ系凝集液原料の添加によって部分的にpHの上昇するところではシリカの重合化が起り、またpHの低いところでは無水シリカが生成されたりしていることに起因しているものと考えられる。尚、シリカの重合、ゾルゲル化が認められると急速にゲル化が進行してゼリー状固形物となる。

【0094】

【発明の効果】以上の説明から明らかなように、本発明によれば、第1にモノマーシリカの含有割合が高くかつ、安定性の高いシリカ系凝集液が得られるシリカ系凝集液原料の溶解方法を提供することができ、第2に、輸送コストが低くて経済効率が高くかつ原料を数倍量溶解できるシリカ系凝集液原料の溶解方法を提供することができる。

【0095】第3に実際の装置に適用できるシリカ系凝集液の製造方法を提供でき、第4にコンパクトなシリカ系凝集液の製造装置を提供することができる。

【0096】なお本発明によって得られたシリカ系凝集液は、水中に含有される溶解物質やエマルジョン物質、拡散剤、油分、浮遊物質等の吸着、凝集、排除に用いられ、現在、特に困難とされる油（動物油、植物油、鉱物油）含有排水の油水分離に極めて有効である。このような作用はモノマー・シリカの影響によるものと考えられる。即ちモノマー・シリカは有機物質、界面活性剤やその他の有機物、無機イオン、プランクトンやバクテリア、浮遊物質を吸着したり、凝集する機能を持っている。この機能はAl系、Fe系、高分子系凝集剤には見られないものである。これらはモノマー・シリカのもつ\*

\*特性であり、即ちモノマー・シリカが重合し、ゲル化する過程で水中の有機物等との間にミセルを速やかに形成し、無機イオンとの間にインター・アクションを起こして結合し、シリカのゲル化反応を急速に促進することによる。

【図面の簡単な説明】

【図1】シリカ系凝集液の製造システムフロー図

【図2】本発明に係るシリカ系凝集液の製造装置の一実施例を示す説明図

【符号の説明】

1：硫酸注入手段

101：硫酸タンク

102：硫酸ポンプ

103：硫酸定量容器

104：硫酸注入バルブ

105：オーバーフロー管

2：溶解槽

201：攪拌機

202：ハイレベルセンサー

203：ローレベルセンサー

204：pHメーター

3：水道水注入バルブ

4：シリカ系凝集液原料供給手段

401：シリカ系凝集液原料

402：ホッパー

403：原料供給フィーダー

5：凝集液タンク

501：送液ポンプ

502：攪拌機

503：バルブ

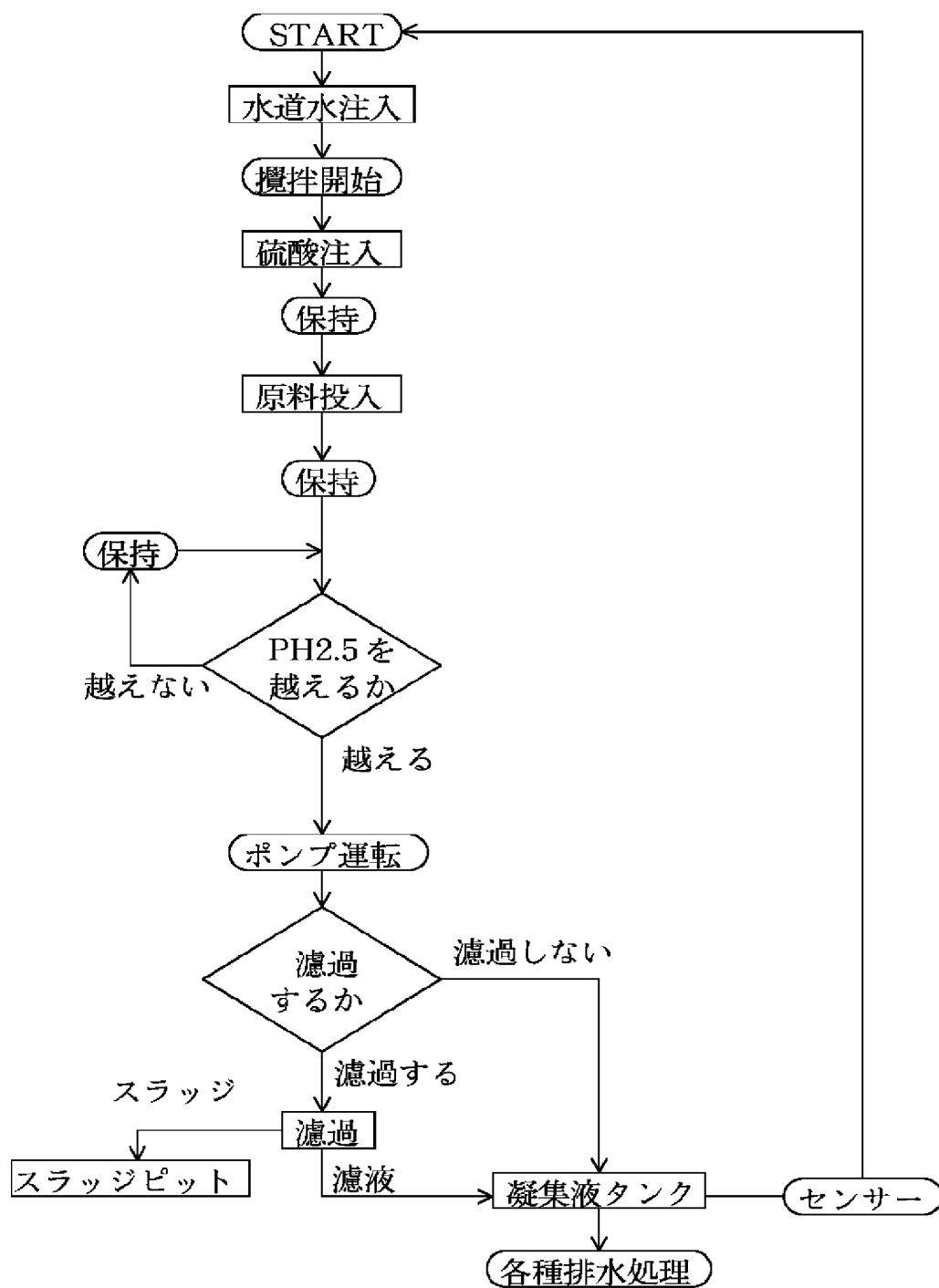
504：ローレベルセンサー

505：ライン

6：汙過機

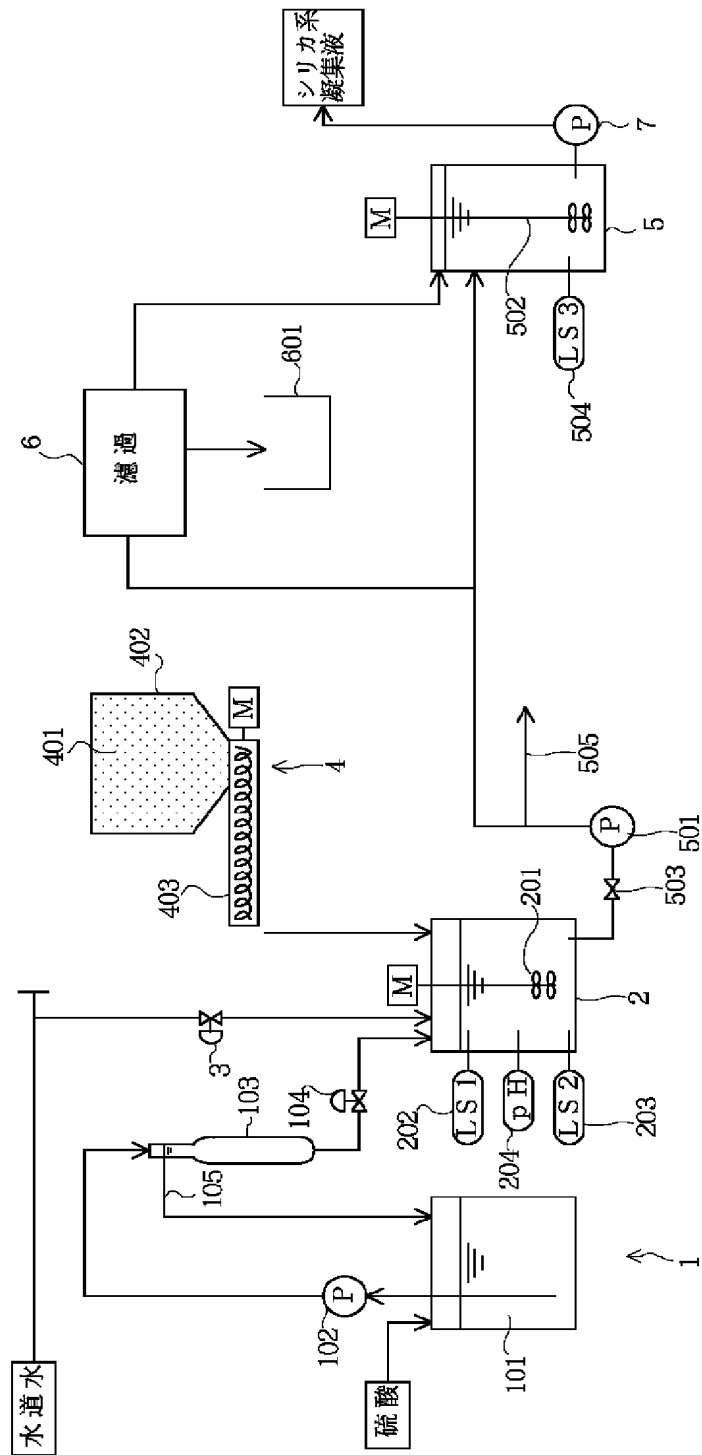
601：スラッジピット

【図1】





【図2】



【手続補正書】

【提出日】平成5年8月12日

【手続補正1】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0076

【補正方法】変更

【補正内容】

【0076】

【表1】

	シリカ系凝集液の粘度	ゲル化の進行
実験例1	1.4センチポイズ	168時間後も安定
比較実験例1	2.3センチポイズ	24時間後ゾルゲル化→48時間後ゲル化

表1から明らかなように、本発明のシリカ系凝集液はシリカの重合、ゲル化が進んでいないことがわかる。又、比較実験例1では24時間後にゾルゲル化が認められ、48時間後にはゲル化したが、実験例1は安定していた。

【手続補正2】

【補正対象書類名】明細書

【補正対象項目名】0092

【補正方法】変更

【補正内容】

【0092】

【表2】

	シリカ系凝集液の粘度	ゲル化の進行
実験例2	1.3センチポイズ	168時間後も安定
比較実験例2	2.1センチポイズ	24時間後ゾルゲル化→48時間後ゲル化

表2から明らかなように、本発明のシリカ系凝集液は高濃度であるにもかかわらず明らかにモノマーシリカの含

量が高く、モノマーシリカの安定性も高いことがわかる。

**PAT-NO:** JP406233904A  
**DOCUMENT-IDENTIFIER:** JP 06233904 A  
**TITLE:** DISSOLUTION OF RAW MATERIAL  
OF SILICA TYPE FLOCCULATING  
SOLUTION, METHOD FOR  
PRODUCING SILICA TYPE  
FLOCCULATING SOLUTION AND  
APPARATUS THEREFOR  
**PUBN-DATE:** August 23, 1994

**INVENTOR-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
NISHIMURA, TSUTOMU	
YANO, HITOSHI	

**ASSIGNEE-INFORMATION:**

NAME	COUNTRY
MITSUI ZOSEN ENG KK	N/A
NISHIMURA TSUTOMU	N/A
KK ASTEC	N/A

**APPL-NO:** JP05045885  
**APPL-DATE:** February 10, 1993

**INT-CL (IPC):** B01D021/01 , B01F001/00

**ABSTRACT:**

**PURPOSE:** To obtain a silica type flocculating soln. high in the content of

monomer silica and having high stability by charging a silica type flocculating soln. raw material having specific Ca basicity of a dissolution equilibrium amt. capable of being dissolved by a dilute sulfuric acid into a dissolving tank wherein the dilute sulfuric acid with predetermined concn. is prepared.

CONSTITUTION: A fixed amt. of water is supplied to a dissolving tank and sulfuric acid is poured in the tank while the water in the tank is stirred to prepare dilute sulfuric acid with predetermined concn. A silica type flocculating soln. raw material having a specific Ca basicity, for example, Ca basicity of about 1.5 is charged to the dissolving tank and held until it reaches dissolution equilibrium. Next, if necessary, it is judged whether the pH in the dissolving tank exceeds 2.5 and, when the pH is below 2.5, the prepared soln. is held for several min until the pH exceeds 2.5 and, when the pH is 2.5 or more, it is judged whether filtering is performed and, when no filtering is performed, the prepared soln. is used as a silica type flocculating soln. as it is and, in the case of filtering, a filtrate is used as the silica type flocculating soln.

COPYRIGHT: (C)1994,JPO&Japio